

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-329719

(43)Date of publication of application : 30.11.1999

(51)Int.Cl.

H05B 33/04
C08L101/00
H05B 33/14

(21)Application number : 11-101304

(71)Applicant : LG ELECTRONICS INC

(22)Date of filing : 08.04.1999

(72)Inventor : HYON YUN O
ZON GUN YUN
YUN FUN TAKKU

(30)Priority

Priority number : 98 9812431
98 9830316

Priority date : 08.04.1998
28.07.1998

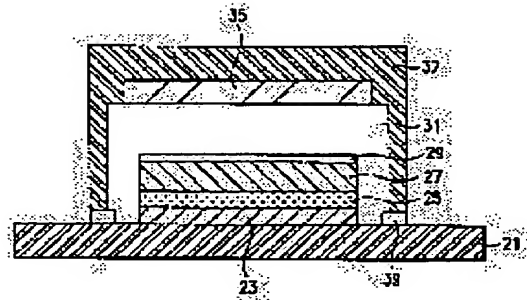
Priority country : KR
KR

(54) ORGANIC ELECTROLUMINESCENCE ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a long-life organic electroluminescence element having excellent luminous efficiency.

SOLUTION: This organic electroluminescence element has a lamination structure comprising an organic laminated film layer sandwiched between a first electrode 23 and a second electrode 27, and has an absorption layer 35 with a certain spacing from the lamination structure secured. The absorption layer 35 is formed of one or more material capable of absorbing moisture and oxygen selected from a group consisting of an oxygen absorption agent, an organic or inorganic moisture absorbent, and an antioxidant.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 10.12.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-329719

(43) 公開日 平成11年(1999)11月30日

(51) Int.Cl.⁸

H 0 5 B 33/04

C 0 8 L 101/00

H 0 5 B 33/14

識別記号

F I

H 0 5 B 33/04

C 0 8 L 101/00

H 0 5 B 33/14

A

審査請求 未請求 請求項の数25 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平11-101304

(22) 出願日 平成11年(1999) 4 月 8 日

(31) 優先権主張番号 1 2 4 3 1 / 1 9 9 8

(32) 優先日 1998年 4 月 8 日

(33) 優先権主張国 韓国 (K R)

(31) 優先権主張番号 3 0 3 1 6 / 1 9 9 8

(32) 優先日 1998年 7 月 28 日

(33) 優先権主張国 韓国 (K R)

(71) 出願人 590001669

エルジー電子株式会社

大韓民国, ソウル特別市永登浦区汝矣島洞
20

(72) 発明者 ヒョン・ユン・オ

大韓民国・ソウル・ドンザックーク・サダ
ン1-ドン・1028-21

(72) 発明者 ソン・グン・ユン

大韓民国・ソウル・ヨンドンボーク・デリ
ム1-ドン・874-1

(74) 代理人 弁理士 山川 政樹

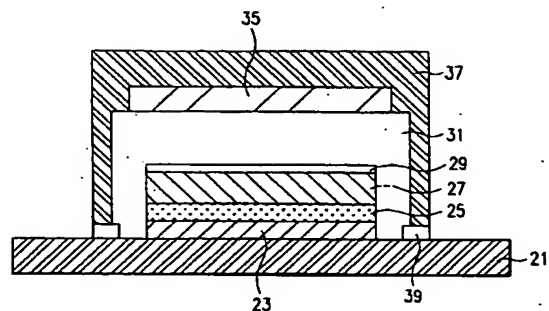
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機電界発光素子

(57) 【要約】

【課題】 長い寿命、よい発光効率を有する有機電界発光素子を提供する。

【解決手段】 本発明は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子である。その積層構造から一定の間隙をおいて吸着層を備えるが、本発明吸着層は、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び素子酸化防止剤の中から選ばれる1以上の物質からなる水分及び酸素を吸着する物質で形成させる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 第 1 電極と第 2 電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記積層構造から一定の間隙をおいて形成され、水分及び酸素を吸着し、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び素子酸化防止剤の中から選ばれる 1 以上の物質からなる吸着層を備えることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 2】 第 1 電極と第 2 電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記第 2 電極を含む積層構造の全面を覆うように前記積層構造の上に形成されるシールドプレートと、そして前記シールドプレートの下側の表面に形成され、水分及び酸素を吸着する酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び素子酸化防止剤の中から選ばれる 1 以上の物質からなる吸着層とを備えることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 3】 前記酸素吸着剤は、ピロガロール或いは亜ジチオン酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 4】 前記無機吸湿剤は、I A 族、II A 族、I II A 族から選ばれた金属酸化物、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、及び P_2O_5 のの中から選ばれる 1 以上の物質からなることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 5】 前記金属酸化物は、 BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、及び B_2O_3 のうち何れか一つであることを特徴とする請求項 4 記載の有機電界発光素子。

【請求項 6】 前記有機吸湿剤は、下記の化学式：

$$-(\text{CHX}_1-\text{CHX}_2)_n-$$

(前記 X_1 、 X_2 のうち少なくとも一つは親水性基である) を有する高分子、アクリル系高分子、ポリ尿素、ポリアミド、及びポリイミドのうち何れか一つからなることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 7】 前記化学式の X_1 または X_2 は、ヒドロキシ、水素、アルキル、アルケニル、エステル、エーテル、及びアミノ群の中から選ばれる何れか一つであることを特徴とする請求項 6 記載の有機電界発光素子。

【請求項 8】 前記有機吸湿剤は、ポリ(ビニルアルコール)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(メタアクリル酸)、ポリ(ビニルヒドロキノン)、またはこれらの共重合体であることを特徴とする請求項 6 記載の有機電界発光素子。

【請求項 9】 前記積層構造と吸着層との間の空間に不活性気体が充填されていることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 10】 前記吸着層の積層構造に向く面に形成され、吸着層を支持し、高分子又はガラスからなる多孔

性の支持層を更に備えることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 11】 前記高分子は、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(ビニルクロライド)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンの中から選ばれる 1 以上の混ぜ合わせられた物質であることを特徴とする請求項 10 記載の有機電界発光素子。

【請求項 12】 前記無機吸湿剤には P_2O_5 を含むことを特徴とする請求項 4 記載の有機電界発光素子。

【請求項 13】 前記素子酸化防止剤は、アルカリ塩、金属、又はこれらの混合物であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の有機電界発光素子。

【請求項 14】 前記アルカリ塩は、リン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩の中で選ばれる 1 または 2 以上の物質を混合したものであることを特徴とする請求項 13 記載の有機電界発光素子。

【請求項 15】 前記金属は、アルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属の中から選ばれることを特徴とする請求項 13 記載の有機電界発光素子。

【請求項 16】 前記リン酸塩は、 Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 CaHPO_4 、及び MgHPO_4 のうち 1 または 2 以上を選択して混合した物質であることを特徴とする請求項 14 記載の有機電界発光素子。

【請求項 17】 前記金属は、 Na 、 K 、 Mg 、 Ca 、 Al 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、及び Zn 粉の中から選ばれることを特徴とする請求項 15 記載の有機電界発光素子。

【請求項 18】 (a) 基板上に形成される第 1 電極と、

(b) 前記第 1 電極上に形成される有機積層膜と、

(c) 前記有機積層膜上に形成される第 2 電極と、

(d) 前記第 2 電極を含む全面を覆うように前記第 2 電極の上部に形成されるシールドプレートと、

(e) 前記シールドプレートの第 2 電極に向かう面に形成され、水分及び酸素を吸着し、ピロガロール、亜ジチオン酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ の中で選択された第 1 物質、または BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、 B_2O_3 、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、 P_2O_5 、及びこれら 2 以上の組合物の中で選択された第 2 物質、またはポリ(ビニルアルコール

10

20

30

40

50

ル)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(メタアクリル酸)、ポリ(ビニルヒドロキノン)、及びこれらの共重合体の中で選択された第3物質、またはリン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩の中で選択された1または2以上を選択して混合した第4物質、またはアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属の中で選択された第5物質、または前記第1、第2、第3、第4、第5物質の中で2以上を混合した第6物質からなる吸着層と、を備えることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項19】 前記第2電極と吸着層との間の空間には不活性気体が充填されていることを特徴とする請求項18記載の有機電界発光素子。

【請求項20】 前記第2電極に対向する吸着層の下方の表面に形成され、前記吸着層を支持し、高分子及びガラスからなる多孔性の支持層をさらに備えることを特徴とする請求項18記載の有機電界発光素子。

【請求項21】 前記高分子は、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち1以上の物質であることを特徴とする請求項35記載の有機電界発光素子。

【請求項22】 前記第2物質は P_2O_5 であることを特徴とする請求項18記載の有機電界発光素子。

【請求項23】 前記第2電極上に保護膜が更に形成されていることを特徴とする請求項18記載の有機電界発光素子。

【請求項24】 第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記積層構造から一定の間隙において形成され、 P_2O_5 と1以上の素子酸化防止剤とを含有する吸着層を備えることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項25】 前記素子酸化防止剤は Na_3PO_4 であることを特徴とする請求項24記載の有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はディスプレイ素子に関し、特に有機電界発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】最近、表示装置の大型化に従って空間占有の小さい平面表示素子の要求が増大している。この種の平面表示素子中の一つとして電界発光素子が注目的

になっている。この電界発光素子は、使用材料に基づいて無機電界発光素子と有機電界発光素子とに大別される。無機電界発光素子は、一般に、発光部に高い電界を印加し、電子を高電界中で加速して発光中心に衝突させ、これにより発光中心を励起させて発光する素子である。有機電界発光素子は、カソード及びアノードからの電子と正孔が発光部内へ注入され、注入された電子と正孔とが結合して生成された励起子が励起状態から基底状態に落ちるときに発光する素子である。

【0003】上記の動作原理により高い電界が必要である無機電界発光素子は、駆動電圧として100～200Vの高電圧を必要とする。これに対して、有機電界発光素子は、5～20V程度の低い電圧で駆動可能であるという長所があり、このため研究が活発に進んでいる。それ以外に、有機電界発光素子は、広い視野角、高速応答性、高コントラスト等の優れた特徴を有するので、グラフィックディスプレイのピクセル、テレビ映像ディスプレイや表面光源のピクセルとして使用可能であり、軽量で且つ色感に優れている。したがって、次代の平面ディスプレイに適した素子である。

【0004】しかし、有機電界発光素子の実用化において最も大きな問題点の一つは短い寿命である。素子の寿命を決める原因にはいろいろがあり、例えば有機物内部の不純物の存在、有機物と電極間の境界面の状態、有機物の低い結晶化温度 T_g 、酸素及び水分による素子の酸化現象などが挙げられる。有機物内部の不純物は、正孔、電子などをトラップしたり、漏洩電流を発生させたり、有機物の結晶化を増加させることにより、素子の寿命を短縮させる。電極と有機物間の境界面の状態が良くない場合には、電荷(電子や正孔)の注入が難しくなるか、或いは部分的に多量の電流が流れて有機物が傷つけられることがある。この外、有機物と有機物間の境界面の状態が良くない場合にも問題が発生する。すなわち、有機物からなる正孔搬送層(HTL)と発光層(LEL)との間の境界面から相互拡散が起こり、正孔搬送層へ拡散された発光層の物質が正孔搬送層での正孔の移動を防ぎ、逆に発光層へ拡散された正孔搬送層の物質が発光層での電子の移動を防ぐため、発光効率が落ちるといった問題が発生する。また、結晶化温度の低い有機物を素子として用いた場合、素子の内部で結晶化されることにより励起された分子が光を放出しないレベルへ遷移し、発光エネルギー準位で光が放出されず、発光効率が減少し且つ寿命が短縮する。

【0005】しかし、上記の問題等は、有機物を精製し、高い結晶化温度を有する物質を開発し、接着力を増加させる物質を有機物と電極間の境界に導入することによる境界面の改善で解決することができるが、最も解決し難いのは酸素と水分の除去である。素子の酸化は、水分及び酸素が既に製造工程中に素子の内部に存する場合や製造工程後に外部から素子の内部へ入り込む場合に起

こる。後者の場合、水分及び酸素は素子のピンホールに入り込み、有機膜及び金属を酸化させて素子の発光可能な面積を減少させる。これは、素子の発光機能を失うことを意味する。

【0006】このような問題を解決するために、素子を高分子保護膜で覆って水分及び酸素を遮断する方法、素子をシールドガラスで覆った後、素子とシールドガラスとの間にシリコンオイルを詰めて水分及び酸素を遮断する方法などが提案された。図1は従来の素子構造を示す概略図である。この素子は、ガラス基板1と、第1電極2と、有機積層膜（正孔注入層、正孔搬送層、電子注入層、または電子搬送層等）3と、第2電極4とを順次積層した構造の上に、保護膜5を形成することで水分及び酸素を遮断していた。保護膜5としては高分子物質を使用する。高分子物質は、電気絶縁ポリマー化合物であり、主にポリエチレン、ポリプロピレン、フッ素を含むビニル系ポリマーである。

【0007】しかし、図1に示すような素子の場合、高分子物質を層上に真空共蒸着させるのが困難で、素子に対して水分及び酸素などを遮断するのを満たすほどの効果を示してない。

【0008】図2の素子は、米国特許第5、505、985号に提案された素子である。この素子は、ガラス基板1と、第1電極2と、正孔注入層、正孔搬送層、電子注入層、電子搬送層から構成される有機積層膜3と、第2電極4と、保護膜5とからなる有機電界発光素子の全体をシールドガラス6で覆い、注入口7からシリコンオイル8をシールドガラス内に注入し、注入口7をガラスカバー9で封止して水分及び酸素を遮断する構造である。

【0009】一方、図3は全体的な構造面としては図2と同様である。しかし、シールドガラス6の上側壁の内面に吸湿層10を形成した後、吸湿層10の表面、すなわち素子に向けた面に高分子からなる支持層11を形成したことが異なっている。吸湿層10は、アルミナ、シリカゲル、ゼオライトのうち何れか一つの物質からなる吸湿剤で形成する。しかし、図3の素子は、支持層11の構成成分である高分子の特性により吸湿層10の活性度が低くなることがある。例えば、支持層11の高分子が水分を吸収できない物質である場合には、却って吸湿層10の物質が水分の吸い取りを妨げる。

【0010】更に、図2及び図3の構造において用いられるシリコンオイルは、素子の内部へ浸透して素子の寿命を短縮させる。これは、浸透したシリコンオイルが素子の内部で一種の不純物として作用して素子の電子伝達などを妨げるからである。要するに、従来の有機電界発光素子は、水分及び酸素の遮断のために用いられた支持層の物質が水分及び酸素を効果的に遮断せず、水分及び酸素の遮断のために用いられたシリコンオイルが素子の内部へ浸透して素子の寿命を短縮させる等の問題点があ

った。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、水分及び酸素を効率よく遮断して素子の寿命を延長させ得る有機電界発光素子を提供することにある。本発明の他の目的は、強力な吸湿剤を用いて水分の吸収力をそのまま有しながら素子を酸化または腐食させない有機電界発光素子を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、積層構造から一定の間隙をおいて形成され、水分及び酸素を吸着し、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び素子酸化防止剤の中から選択される1又は2種以上の物質からなる吸着層を備えることを特徴とする有機電界発光素子である。本明細書において「素子酸化防止剤」とは、有機又は無機吸湿剤が水分を吸い取る前・後に、積層膜に直接的に接触することで積層膜を酸化させる現象を防止するエイジェントのことである。

【0013】本発明による有機電界発光素子における酸素吸着剤はピロガロール又は亜ジチオン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) である。また、無機吸湿剤は、IA族、IIA族、IIIA族から選ばれた金属酸化物、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、及び P_2O_5 の中から選ばれる1以上の物質からなる。ここで、金属酸化物は、好ましくは BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、及び B_2O_3 のうち何れか一つである。

【0014】有機吸湿剤は、下記の化学式； $-(\text{CHX}_1-\text{CHX}_2)_n-$ (X_1 、 X_2 のうち少なくとも一つは親水性基である) を有する高分子、アクリル系高分子、ポリウレア、ポリアミド、及びポリイミドのうち何れか一つからなる。化学式中の X_1 または X_2 は、ヒドロキシ、水素、アルキル、アルケニル (alkenyl)、エステル、エーテル、及びアミノ群の中から選ばれる何れか一つである。ここで、高分子は、好ましくはポリ (ビニルアルコール)、ポリ (ビニルピロリドン)、ポリ (メタアクリル酸)、ポリ (ビニルヒドロキノン)、またはこれらの共重合体である。

【0015】一方、本発明の素子酸化防止剤は、アルカリ塩、金属、又はこれらの混合物を挙げることができる。ここで、アルカリ塩は、好ましくはリン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩の中から選ばれる1または2以上の物質を混合したものであり、金属は、好ましくはアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属の中から選ばれる。アルカリ塩としては、好ましくは、リン酸塩中の Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 CaHPO_4 、及び MgHPO_4 のうち1または2以上を選択して組み合わせた物質である。金属は、より好ましくは Na 、 K 、

Mg、Ca、Al、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、及びZn粉の中から選ばれる。

【0016】また、本発明の有機電界発光素子において、積層構造と吸着層との間の空間には不活性気体が充填されている。本発明の有機電界発光素子は、吸着層の積層構造に向いている面に形成され、吸着層を支持する機能を果たす支持層を更に備えてもよい。その支持層は、高分子又はガラスからなる多孔性の高分子、すなわち、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ（エチレンテレフタレート、PET）、ポリ（メタクリル酸メチル、PMMA）、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン(polychloroethylene)、ポリジクロロエチレン(polydichloroethylene)、ポリトリクロロエチレン(polytrichloroethylene)、ポリテトラクロロエチレン(polytetrachloroethylene)、ポリふっ化エチレン、ポリジフルオロエチレン(polydifluoroethylene)、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ（塩化ビニル）、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち1以上の物質が用いられる。本発明による有機電界発光素子において、水分を吸い取る機能を果たす吸着層の物質として最も好ましいのは P_2O_5 である。

【0017】また、本発明は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、第2電極を含む積層構造の全面を覆うように積層構造の上に形成されるシールドプレートと、シールドプレートの積層構造に向かう面に形成され、水分及び酸素を吸着し、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び酸化防止剤のうち1又は2以上の物質からなる吸着層とを備えることを特徴とする有機電界発光素子である。

【0018】その際、前記酸素吸着剤はピロガロール又は亜ジチオン酸ナトリウム、 $Na_2S_2O_4$ である。無機吸湿剤はIA族、IIA族、IIIA族から選ばれた金属酸化物、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、及び P_2O_5 のうち1以上の物質からなる。無機吸湿剤中の前記金属酸化物は、好ましくは BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、及び B_2O_3 のうち何れか一つである。

【0019】有機吸湿剤は、下記の化学式； $-(CHX_1-CHX_2)_n-$ （ X_1 、 X_2 のうち少なくとも一つは親水性基である）を有する高分子、アクリル系高分子、ポリ尿素、ポリアミド、及びポリイミドのうち何れか一つである。化学式の X_1 または X_2 は、好ましくはヒドロキシ、水素、アルキル、アルケニル(alkenyl)、エステル、エーテル、及びアミノ群のうち何れか一つである。より好ましくは、有機吸湿剤は、ポリ（ビニルアルコール）、ポリ（ビニルピロリドン）、ポリ（メタアクリル酸）、及びポリ（ビニルヒドロキノン）のうち何れ

か一つ、あるいはこれらの共重合体である。積層構造と吸着層との間の空間に不活性気体が充填されることもある。

【0020】また、本発明は、吸着層の積層構造に向いている面に形成され、吸着層を支持し、高分子又はガラスからなる多孔性の支持層を更に備えることを特徴とする有機電界発光素子である。高分子としては、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ（エチレンテレフタレート、PET）、ポリ（メタクリル酸メチル、PMMA）、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリふっ化エチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ（塩化ビニル）、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンの中から選ばれる1又は2以上を混合した混合物であることを特徴とする。上記のように、吸着層を有する本発明の有機電界発光素子においては、水分を吸い取るための吸湿剤として最も好ましくは P_2O_5 を用いる。

【0021】一方、素子酸化防止剤は、アルカリ塩、金属またはこれらの混合物であることを特徴とする。アルカリ塩は、好ましくはリン酸、硫酸塩、及び炭酸塩の中から選ばれる1または2以上の物質を混合したものが選ばれ、リン酸塩は Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 $CaHPO_4$ 、及び $MgHPO_4$ のうち1または2以上を選択して混合した物質が好ましい。また、素子酸化防止用の物質として使用可能な金属は、アルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属の中から選ばれるが、好ましくはNa、K、Mg、Ca、Al、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、及びZn粉の中から選ばれる。

【0022】さらに、本発明は、（a）基板上に形成される第1電極と、（b）第1電極上に形成される有機積層膜と、（c）有機積層膜上に形成される第2電極と、（d）第2電極を含む全面を覆うように第2電極の上部に形成されるシールドプレートと、（e）シールドプレートの内面側の面に形成され、水分及び酸素を吸着し、ピロガロール、亜ジチオン酸ナトリウム $Na_2S_2O_4$ のうち選択された第1物質、または BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、 B_2O_3 、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、 P_2O_5 、及びこれら2以上の混合物のうち選択された第2物質、またはポリ（ビニルアルコール）、ポリ（ビニルピロリドン）、ポリ（メタアクリル酸）、ポリ（ビニルヒドロキノン）、及びこれらの共重合体のうち選択された第3物質、またはリン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩のうち選択された1または2以上を選択して混合した第4物質、またはアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾

向の大きい金属のうち選択された第5物質、または第1、第2、第3、第4、第5物質のうち2以上を混合した第6物質からなる吸着層とを備えることを特徴とする有機電界発光素子である。その際、第2電極と吸着層との間の空間には不活性気体が充填されている。第2電極に対向する吸着層の素子に向かう面に形成され、吸着層を支持し、高分子またはガラスからなる多孔性の支持層を更に備えても良い。

【0023】本発明による有機電界発光素子の支持層に用いられる高分子には、好ましくはポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち1以上の物質が選択される。第2物質として最も好ましいものは P_2O_5 である。その際、アルカリ塩、金属またはこれらの混合物のような1以上の素子酸化防止剤が更に含まれても良い。素子酸化防止剤として好適なアルカリ塩は、 Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 CaH_2PO_4 、及び MgH_2PO_4 のうち1または2以上を混合した物質等のリン酸塩、硫酸塩、炭酸塩等であり、好適な金属は、Na、K、Mg、Ca、Al、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、及びZn粉等のアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属である。

【0024】本発明において最も好適な有機電界発光素子は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記積層構造から一定の間隙をおいて形成され、 P_2O_5 と1以上の素子酸化防止剤とを含有する吸着層を備えることを特徴とする。その際、素子酸化防止剤として Na_3PO_4 が好ましい。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、上記の特徴を有する本発明実施形態の有機電界発光素子を詳しく説明する。本実施形態による有機電界発光素子は、素子に致命的な影響を与える水分または酸素を防ぐ吸着層物質として酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、素子酸化防止剤、またはこれらのうち2以上を混合した混合物を用いることにより、素子の安定性を高め、素子の寿命を向上させた。すなわち、本実施形態は、従来のようにシリコンオイルの満たされた複雑な構造を避け、水分及び酸素の遮断効果のよくない従来の保護膜物質に代わって水分及び酸素に対する吸着力に優れた吸着物質を用いて素子の寿命を向

上させ、しかも構造を単純化したものである。

【0026】本実施形態の一実施形態によれば、図4に示すように、透明基板21上に第1電極23、有機積層膜(正孔注入層又は正孔搬送層、有機発光層、電子搬送層又は電子注入層からなる)25、及び第2電極27を有する積層構造の表面に保護膜29が形成され、これら構造全体をシールドプレート37で覆った有機電界発光素子である。このシールドプレート37は一面が解放されたほぼ矩形の箱形であり、その解放面を基板21に向けて基板21に載せ、接着剤39で固定している。このシールドプレート37の積層構造の上側を覆っている部分の内面には吸着層35が形成されている。保護膜29は、素子内部への水分及び酸素の浸透を防ぎ、その他の外部的要因による影響を防ぐ役割を果たすが、必要に応じて省略可能である。

【0027】本実施形態は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子で、積層構造から一定の間隙をおいて水分及び酸素を吸着し、酸素吸着剤、有機又は無機吸湿剤、及び素子酸化防止剤の中で選ばれる1又は2以上の物質からなる吸着層を配置したことを特徴とする有機電界発光素子である。本明細書において「素子酸化防止剤」とは、有機又は無機吸湿剤が水分を吸い取る前・後に、積層膜に直接的に接触することで積層膜を酸化させる現象を防止するエージェントのことである。

【0028】本実施形態による有機電界発光素子における酸素吸着剤はピロガロール又は亜ジチオン酸ナトリウム $Na_2S_2O_4$ である。また、無機吸湿剤は、IA族、IIA族、IIIA族から選ばれた金属酸化物、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、及び P_2O_5 の中から選ばれる1以上の物質からなる。ここで、金属酸化物は、好ましくは BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、及び B_2O_3 のうち何れか一つである。

【0029】有機吸湿剤は、下記の化学式： $-(CHX_1-CHX_2)_n-$ (X_1 、 X_2 のうち少なくとも一つは親水性基である)を有する高分子、アクリル系高分子、ポリ尿素、ポリアミド、及びポリイミドのうち何れか一つからなる。化学式の X_1 または X_2 はヒドロキシ、水素、アルキル、アルケニル(alkenyl)、エステル、エーテル、及びアミノ群の中から選ばれる何れか一つである。さらに、高分子は、好ましくはポリ(ビニルアルコール)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(メタアクリル酸)、ポリ(ビニルヒドロキノン)、またはこれらの共重合体である。

【0030】本実施形態の素子酸化防止剤としては、アルカリ塩、金属、又はこれらの混合物を挙げることができる。ここで、アルカリ塩は、好ましくはリン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩の中から選ばれる1または2以上の物質を混合したものであり、金属は、好ましくはアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向

の大きい金属の中から選ばれる。アルカリ塩は、より好ましくは、リン酸塩のうち Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 CaHPO_4 、及び MgHPO_4 のうち 1 または 2 以上を選択して組み合わせた物質である。金属は、より好ましくは Na 、 K 、 Mg 、 Ca 、 Al 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、及び Zn 粉の中から選ばれる。

【0031】また、本実施形態の有機電界発光素子において、積層構造と吸着層との間の空間には不活性気体を充填することが望ましい。本実施形態の有機電界発光素子は、前記積層構造に対向する吸着層の下方の表面に形成され、前記吸着層を支持し、高分子又はガラスからなる多孔性の支持層を更に備えてもよい。前記高分子として、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち 1 以上の物質が用いられる。本実施形態による有機電界発光素子において、水分を吸い取る機能を果たす吸着層の物質として最も好ましいものは P_2O_5 である。

【0032】他の実施形態は、第 1 電極と第 2 電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記第 2 電極を含む積層構造の全面を覆うように前記積層構造の上に形成されるシールドプレートと、及びシールドプレートの下側の表面に形成され、水分及び酸素を吸着し、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び酸化防止剤のうち 1 又は 2 以上の物質からなる吸着層とを備える有機電界発光素子である。

【0033】その際、酸素吸着剤はピロガロール又は亜ジチオン酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ である。前記無機吸湿剤は、IA 族、IIA 族、IIIA 族から選ばれた金属酸化物、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、及び P_2O_5 のうち 1 以上の物質からなる。無機吸湿剤中の前記金属酸化物は、好ましくは BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、及び B_2O_3 のうち何れか一つである。

【0034】前記有機吸湿剤は、下記の化学式： $-(\text{CHX}_1-\text{CHX}_2)_n-$ （前記 X_1 、 X_2 のうち少なくとも一つは親水性基である。）を有する高分子、アクリル系高分子、ポリ尿素、ポリアミド、及びポリイミドのうち何れか一つである。前記化学式の X_1 または X_2 は、好ましくはヒドロキシ、水素、アルキル、アルケニル、エステル、エーテル、及びアミノ群のうち何れか一つである。より好ましくは、前記有機吸湿剤は、ポリ(ビニル

アルコール)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(メタアクリル酸)、ポリ(ビニルヒドロキノン)のうち何れか一つ、或いはこれらの共重合体である。この際、前記積層構造と吸着層との間の空間に不活性気体が充填されていることもある。

【0035】また、他の実施形態としては、吸着層 35 の積層構造に向いている面に図 5 に 33 で示すような支持層を形成させてもよい。この支持層は、吸着層を支持するものであるが、高分子又はガラスからなる多孔性の部材で構成させる。その高分子としては、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル)(PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンの中から選ばれる 1 又は 2 以上を混合した混合物であることが望ましい。上記のように吸着層を有する本実施形態の有機電界発光素子において、水分を吸い取るための吸湿剤として最も好ましくは P_2O_5 を用いる。

【0036】素子酸化防止剤は、アルカリ塩、金属またはこれらの混合物であることが望ましい。アルカリ塩は、好ましくはリン酸、硫酸塩、及び炭酸塩の中から選ばれる 1 または 2 以上の物質を混合したものが選ばれる。リン酸塩は Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 CaHPO_4 、及び MgHPO_4 のうち 1 または 2 以上を選択して混合した物質が好ましい。また、素子酸化防止用の物質として使用可能な金属は、アルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属の中から選ばれるが、好ましくは Na 、 K 、 Mg 、 Ca 、 Al 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、及び Zn 粉の中から選ばれる。

【0037】さらに他の実施形態は、(a) 基板上に形成される第 1 電極と、(b) 第 1 電極上に形成される有機積層膜と、(c) 有機積層膜上に形成される第 2 電極と、(d) 第 2 電極を含む全面を覆うように前記第 2 電極の上部に形成されるシールドプレートと、(f) シールドプレートの表面に形成され、水分及び酸素を吸着し、ピロガロール、亜ジチオン酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ のうち選択された第 1 物質、または BaO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 BeO 、 MgO 、 CaO 、 B_2O_3 、アルミナ、シリカゲル、ゼオライト、 P_2O_5 、及びこれら 2 以上の混合物のうち選択された第 2 物質、またはポリ(ビニルアルコール)、ポリ(ビニルピロリドン)、ポリ(メタアクリル酸)、ポリ(ビニルヒドロキノン)、

及びこれらの共重合体のうち選択された第3物質、またはリン酸塩、硫酸塩、及び炭酸塩のうち選択された1または2以上を選択して混合した第4物質、またはアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属のうち選択された第5物質、または第1、第2、第3、第4、第5物質のうち2以上を混合した第6物質からなる吸着層とを備える。この場合も、第2電極と吸着層との間の空間には不活性気体を充填することが望ましい。また同様に支持層を更に備えても良い。

【0038】本実施形態による有機電界発光素子の支持層に用いられる高分子には、好ましくはポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち1以上の物質が選択される。第2物質として最も好ましいものは P_2O_5 である。その際、アルカリ塩、金属、またはこれらの混合物等の1以上の素子酸化防止剤が更に含まれても良い。素子酸化防止剤として好適なアルカリ塩は、 Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 $CaHPO_4$ 、及び $MgHPO_4$ のうち1または2以上を混合した物質等のリン酸塩、硫酸塩、炭酸塩等であり、好適な前記金属は、Na、K、Mg、Ca、Al、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、及びZn粉等のアルカリ金属、アルカリ土金属、及び水素よりもイオン化の傾向の大きい金属である。第2電極上に保護膜を形成することもできる。

【0039】本発明において最も好適な有機電界発光素子は、第1電極と第2電極との間に有機積層膜を含む積層構造を有する有機電界発光素子であって、前記積層構造から一定の間隙をおいて形成され、 P_2O_5 と1以上の素子酸化防止剤とを含有する吸着層を備える。 P_2O_5 は水分により H_3PO_4 になって液体になりやすいが、液体 H_3PO_4 が積層膜に落下する場合に素子、特に第2電極の金属が酸化されて素子の寿命が短縮される。したがって、本実施形態では、酸化防止剤、好ましくは Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 等のリン酸塩を吸着層に添加することにより、 P_2O_5 の液化現象を防止して素子の酸化を防止することが必要である。

【0040】吸着層35の構成物質として、酸素吸着剤、有機または無機吸湿剤、及び酸化防止剤のうち2以上を混合して使用することができる。すなわち、吸着層35の構成物質として、上記列挙した酸素吸着剤、有機又は無機吸湿剤、酸化防止剤を全部含む物質を用いてもよ

く、必要に応じてはこれら3種の構成物質のうち2又は1種の構成物質だけを用いてもよい。このようにして製造された吸着層35は、不活性溶媒を用いて移動性を容易にしてディスペンシング(dispensing)等の方法でシールドプレート37の表面に詰めることができる。吸着層の構成物質の活性化条件は、物質の特性に基づいて異なる。例えば、アルミナ又はシリカゲルの場合はほぼ100～400℃の温度で真空乾燥させるか、或いは窒素を吹き入れつつ乾燥させる。そのときの所要時間は約10～24時間程度であり、必要に応じて更に増加させてもよい。他例としては、 P_2O_5 を活性化させずにそのまま使用してもよい。また、吸着層35の構成物質として使用可能なあらゆる物質は、溶媒を使用せずに粉状で充填して使用可能である。

【0041】シールドプレート37としては、SUS、アルミニウム、ガラスなどを使用可能であり、活性化条件に合わせて高いガラス転移温度 T_g を有する高分子を使用可能である。そして、このようにして製造されたシールドプレート37を、透明基板21上にエポキシ又はアクリル系化合物などのUV接着剤39を用いて接着させる。このシールドプレート37を接着する際、2カ所以上のゲートを作った後、真空中でその内部気体を取り除いた後、不活性気体を充填し最後にシールしてもよく、窒素雰囲気下でゲートなしに全体をシールすることで充填過程を省略してもよい。

【0042】上記のような方法により素子に影響を与える水分及び酸素を遮断可能な吸着層が完成するが、前記したようにさらに支持層33を形成させてもよい。図5に示す支持層33は、高分子又はガラスからなる多孔性の支持層であって、水分は通過させるが吸着層の構成物質は通過させない物質を用いる。従って、支持層33は、吸着層35の水分吸着に影響を与えず、吸着層35物質の離脱現象などを防止する。支持層33として用いられる高分子としては、ポリスチレン、ポリイミド、ポリアミド、セルロース、ポリエチレン、ポリ(エチレンテレフタレート、PET)、ポリ(メタクリル酸メチル、PMMA)、ポリプロピレン、ポリクロロエチレン、ポリジクロロエチレン、ポリトリクロロエチレン、ポリテトラクロロエチレン、ポリフルオロエチレン、ポリジフルオロエチレン、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ナイロン、ポリウレタン、ポリ(塩化ビニル)、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリホルムアルデヒド、及びポリスルホンのうち何れか1つ、或いはこれらのうち2以上を組み合わせた混合物を使用することができる。支持層は、好ましくはほぼ0.01～10 μm の気孔を有する。

【0043】また、本実施形態は、強力な吸湿剤である P_2O_5 を有機電界発光素子の吸湿剤として使用する際の問題点を解決することができるが、その作用のメカニズムは以下の通りである。 P_2O_5 は、有機電界発光素子の

吸湿剤として用いられ、水分を吸い取ることができる。この P_2O_5 が多量の水分を吸い取る場合、液体状態のリン酸 H_3PO_4 になる。これは、純粋のリン酸の融解点が $42.35^\circ C$ であることから、水分の量が多くなれば常温で液状で存在するようになることに起因する。一般に、酸は、水素よりもイオン化の傾向の大きな物質を酸化させて腐食させる性質を有しているため、液状のリン酸は支持層 33 を通過するに際して有機電荷発光素子、特に第 2 電極、Al、Mg、Ag などを酸化させて素子の寿命を減少させる等素子に対する悪影響を与えることがある。ひいては、有機電界発光素子の廃棄処分時にも P_2O_5 の酸性は問題になる。本実施形態による有機電界発光素子は、酸素吸着剤、吸収剤、及び高分子のうち何れか 1 又は 2 以上を混合した混合物、特に P_2O_5 からなる保護膜に 1 以上の素子酸化防止用の物質を含有させて有機電界発光素子の酸化及び腐食を防止することができる。

【0044】本実施形態の有機電界発光素子における素子酸化防止用の物質の作用は以下の通りである。本実施形態で吸湿剤として用いる P_2O_5 は、水分を吸い取ってリン酸となる。その際、液状になったリン酸が素子内部の有機積層膜または金属を酸化させる前に、まず近くある金属を酸化させてリン酸の酸化活動度を失わせるように、アルカリ金属、アルカリ土金属、または水素よりもイオン化の傾向の大きな金属を保護膜に添加する。すなわち、アルカリ金属、アルカリ土金属、又は水素よりもイオン化の傾向の大きな金属はリン酸により先に酸化される。金属は、好ましくは Na、K、Mg、Ca、Al、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、及び Zn 粉の中から選ばれる。

【0045】一方、前記金属の外、素子酸化防止用の物質として使用可能な物質には、アルカリ塩がある。アルカリ塩は、水に解離される場合、塩基性 (pH 7 以上) を示す性質を有する。吸湿剤に用いられたアルカリ塩の作用は以下の通りである。 P_2O_5 は、水分を吸い取って酸性を示すリン酸となる。その際、リン酸になる過程で、アルカリ塩からのアルカリ金属イオン、アルカリ土金属イオンが隣接のリン酸又はリン酸化されている P_2O_5 と反応してリン酸塩に変換される。

【0046】アルカリ塩は、好ましくは、リン酸、硫酸塩、及び炭酸塩の中から選ばれる 1 または 2 以上を混合した物質である。リン酸塩は Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_3PO_4 、 K_2HPO_4 、 $CaHPO_4$ 、及び $MgHPO_4$ のうち 1 または 2 以上を混合した混合物を使用する。上記のように、素子酸化防止用の物質を含んで吸湿剤を製造する場合、アルカリ塩の量を調節することで廃棄処分時にも pH を 5 ないし 8 に一定に維持することができるため、素子の廃処理時に問題になった酸性性に対する問題点を解決することができる。また、酸化防止用の物質としてアルカリ塩を用いることに

より、リン酸がリン酸塩となると、融解点が高くなり、固状に維持できるので、支持層及びシールドプレートの腐食を防ぐことができる。さらに、アルカリ塩は、水分の吸湿力に優れ、吸湿剤の吸湿能力に大きな影響を及ぼさない。

【0047】吸湿剤として P_2O_5 を用いる際、前述したように金属、アルカリ塩、又はこれらの混合物を使用してもよく、金属とアルカリ塩の両者を P_2O_5 とともに混ぜて使用してもよい。また、本実施形態による吸着層に、 P_2O_5 、または P_2O_5 と上記酸化防止剤とを共に添加するとき、吸着剤に UV 硬化剤をさらに添加してもよい。UV 硬化剤は、 P_2O_5 等の吸湿剤を吸湿層に導入する工程中に、粉状の粒子が工程中に飛ばされる問題を解決することができる。この類の UV 硬化剤として、シリコン、アクリル、エポキシ、ウレタンタイプ等を使用可能である。

【0048】以下、本実施形態の有機電界発光素子の概略的な製造工程について図 4 に基づいて説明する。第 1 電極として透明電極の ITO (Indium Tin Oxide) 21 を 140 nm 程度被せた透明基板上に、正孔注入層として銅プタロシアニン CuPc を 15 nm 程度蒸着させる。次いで、正孔搬送層として N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス (3-メチルフェニル) - (1, 1'-ビフェニル) - 4, 4'-ジアミン (N, N'-diphenyl-N, N'-bis(3-methylphenyl)-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diamine; 以下、TPD とする) を約 30 nm 程度蒸着させた後、緑色発光層として 8-ヒドロキシキノラインアルミニウム Alq3 (8-hydroxyquinoline aluminum) を約 50 nm 程度真空蒸着法で形成させる。次いで、電子注入層或いは電子注入・搬送層を形成するが、省略してもよい。

【0049】上記のように形成した有機電界発光素子の有機積層膜 25 上にアルカリ金属酸化物と金属を薄く被せて第 2 電極層 27 を形成する。第 2 電極層として Li_2O 、Al 等を約 50 nm の厚さに形成する。第 2 電極層上に保護膜 29 を形成する。保護膜 29 は、有機金属又は高分子などを気相成長法 (CVD 法) で被せる。場合によってはその過程を省略できる。図 4 に示す素子は保護膜が形成されている素子である。次いで、上記基板を覆って保護するシールドプレート 37 を形成する。シールドプレート 37 として用いられたガラス、プラスチック、またはコーティングされた金属板を箱形に形成し、吸湿剤を導入して吸着層 35 を一面に形成する。ここで、シールドプレートのプラスチック材質は厚さに応じて使用可能な材料の範囲を制限されるが、通常、PET、PBT、ナイロン、ポリカーボネート等を用いることが好ましい。そして、これら高分子上に金属をメッキすることにより、一層良い効果を得られる。吸着層の形成されているシールドプレート 37 として用いられる金属板には、アルミニウム、鉄、銅などが使用される。

【0050】シールドプレート 37 に吸湿剤を入れて吸着層 35 を形成する過程をさらに詳述する。吸湿剤として P_2O_5 等を使用するが、その P_2O_5 の使用時に素子酸化防止剤を共に入れて吸着層を形成する。素子酸化防止剤に対しては前述と同様であり、好ましくは Na_3PO_4 または K_3PO_4 を用いる。次いで、上記のように吸着層 35 の形成されたシールドプレート 37 を基板に接着させる。この際、接着させる封止剤 39 としてはエポキシ形接着剤を用いる。

【0051】次に、本実施形態による他の有機電界発光素子の概略的な製造工程を図 5 を参照して説明する。第 1 電極 23 を基板 21 上に形成した後、発光層を始めとする有機積層膜 25 を形成し、その上にアルカリ金属を薄く被せることにより、第 2 電極層 27 を形成する。第 2 電極層 27 上に有機金属、高分子などを CVD 法で被せた第 1 保護膜 29 を形成するが、この過程は省略してもよい。図 5 の素子は保護膜の形成されている素子である。次いで、シールドプレート 37 を形成した後、そのシールドプレートに P_2O_5 と素子酸化防止剤とを含む吸着層 35 を形成する。

【0052】図 4 に示す有機電界発光素子に比べて図 5 に示す有機電界発光素子の特徴は、吸着層 35 の P_2O_5 等が素子に落下しないように支持層 33 を配置して素子を保護することにある。その支持層 33 は、水分子は容易に通過させるのに対して、 P_2O_5 等の吸湿剤は素子に

落下しないように気孔を調節する。支持層 33 の気孔は、好ましくは $0.01 \sim 10 \mu m$ の範囲内で調節される。さらに、支持層 33 は、高分子またはガラスからなる多孔性物質である。その高分子として使用可能な材質はすでに述べてある。その支持層 33 を吸着層 35 を形成させたシールドプレート 37 に接着して固定させる。支持層 33 にホットメルト接着剤をコーティングさせた後、加圧、熔融してシールドプレート 37 に接着させるか、また接着剤無しで支持層の融ける温度で加圧、熔融してシールドプレート 37 に接着させる。さらに、常温で接着剤を支持層 33 またはシールドプレート 37 に取り付けた後、両者を接着させてもよい。最後に、シールドプレート 37 を基板 21 に接着させる。

【0053】本実施形態による又他の有機電界発光素子の製造工程では、吸着層 35 に UV 硬化剤を更に含ませても良い。この際、使用可能な UV 硬化剤としては、シリコン、アクリル、エポキシ、又はウレタンタイプがある。

【0054】本実施形態により P_2O_5 のみからなる吸着層を用いた有機電界発光素子 (A)、 P_2O_5 とアルカリ性物質を用いた吸着層を用いた有機電界発光素子 (B)、及びアルミナを吸着層として用いた有機電界発光素子 (C) を比較実験した結果は下記の通りである。

【0055】

【表 1】

サンプル	A	B	C
吸湿剤	P_2O_5	$P_2O_5 + Na_3PO_4$	アルミナ
シール剤	エポキシ	エポキシ	エポキシ
温度	80℃	80℃	80℃
湿度	50%	50%	50%
実験時間	72時間	72時間	12時間
収縮率	0%	0%	17.7% (305 $\mu m \sim 251 \mu m$)

【0056】上記のような実験結果から明らかなように、 P_2O_5 に Na_3PO_4 を添加しても水分を吸い取る能力には何の違ひもないことが分かる。よって、 Na_3PO_4 等の素子酸化防止剤を使用することで素子の腐食を防止することができ、 P_2O_5 の液化現象を防止して素子の安定性を大幅に向上させることができる。また、上記のような吸湿機能をする吸着層に UV 硬化剤を添加することにより、吸着層の粉状の構成成分が素子の製造工程中に飛ばされることを防止することができる

【0057】

【発明の効果】以上説明したように、 P_2O_5 と 1 以上の酸化防止剤を吸着層の構成物質として用いた有機電界発光素子は、製造工程が簡便であり、 P_2O_5 との強力な吸湿剤を用いて水分の吸収力を保持し、なおかつ素子の酸

化又は腐食を防止することができるという効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】従来技術の有機電界発光素子を示す構造断面図。

【図 2】従来技術の有機電界発光素子を示す構造断面図。

【図 3】従来技術の有機電界発光素子を示す構造断面図。

【図 4】本実施形態の有機電界発光素子を示す構造断面図。

【図 5】本実施形態の有機電界発光素子を示す構造断面図。

【符号の説明】

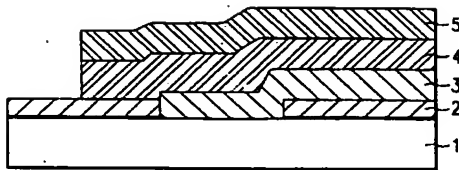
19

20

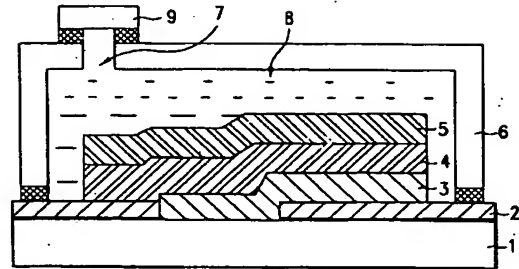
- 2 1 透明基板
- 2 3 第 1 電極
- 2 5 有機積層膜
- 2 7 第 2 電極
- 2 9 保護膜
- 3 1 不活性気体

- 3 3 支持層
- 3 5 吸着層
- 3 7 シールドプレート
- 3 9 封止剤

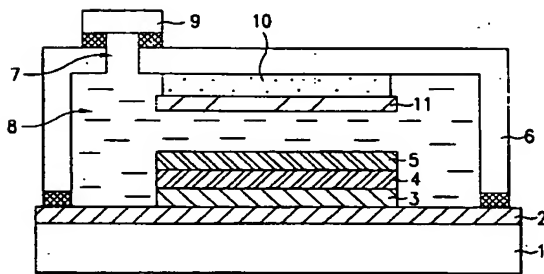
【図 1】



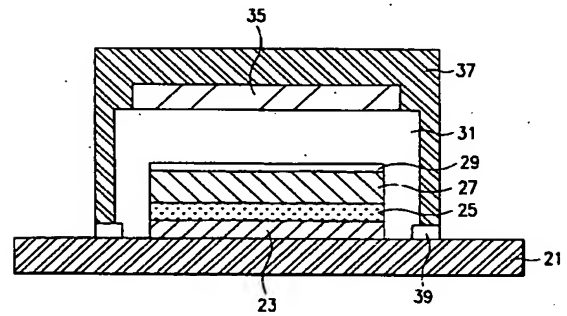
【図 2】



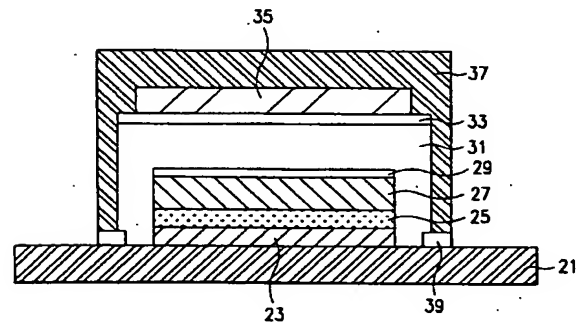
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(72)発明者 ユン・フン・タック

大韓民国・キョンキード・ヨンインーシ・

スジーウップ・ズックジョンーリ・453-

1・ハンシン アパートメント 102-605